(19) 世界知的所有権機関 国際事務局





(43) 国際公開日 2005 年9 月29 日 (29.09.2005)

PCT

(10) 国際公開番号 WO 2005/089703 A1

(51) 国際特許分類7:

A61K 7/16

(21) 国際出願番号:

PCT/JP2005/005146

(22) 国際出願日:

2005年3月22日(22.03.2005)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ:

特願2004-079679 2004 年3 月19 日 (19.03.2004) JP 特願2004-152143 2004 年5 月21 日 (21.05.2004) JP 特願2004-257541 2004 年9 月3 日 (03.09.2004) JP 特願2004-257542 2004 年9 月3 日 (03.09.2004) JP

- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 花王株 式会社 (KAO CORPORATION) [JP/JP]; 〒1038210 東 京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 吉田 秀徳 (YOSHIDA, Hidenori) [JP/JP]; 〒1318501 東京都墨田 区文花2丁目1番3号花王株式会社研究所内 Tokyo (JP). 村上 義徳 (MURAKAMI, Yoshinori) [JP/JP]; 〒1318501 東京都墨田区文花2丁目1番3号花王株式会社研究所内 Tokyo (JP). 押野 一志 (OSHINO, Kazushi) [JP/JP]; 〒1318501 東京都墨田区文花2丁目1番3号花王株式会社研究所内 Tokyo (JP).

- (74) 代理人: 特許業務法人アルガ特許事務所 (THE PATENT CORPORATE BODY ARUGA PATENT OFFICE); 〒1030013 東京都中央区日本橋人形町1丁目3番6号共同ビル Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

2005/089703 A1

(54) Title: COMPOSITION FOR TOOTHBRUSHING

(54) 発明の名称: 歯磨用組成物

(57) Abstract: A composition for toothbrushing which is highly effective in removing dental plaques and stains and gives an excellent use feeling. The composition for toothbrushing contains the following ingredients (A), (B), and (C): (A) 0.2-3 mass% powdery cellulose, (B) a surfactant, and (C) 10-30 mass% abrasive material.

(57)要約: 歯垢及び着色除去効果に優れ、使用感にすぐれた歯磨用組成物の提供。 下記成分(A)、(B)及び(C): (A)粉末セルロース O. 2~3質量%、(B)界面活性剤、(C)研磨剤 10~30質量%を含有する歯磨用組成物。



WO 2005/089703 1 PCT/JP2005/005146

明細書

歯磨用組成物

技術分野

[0001] 本発明は、歯垢及び着色除去効果に優れ、使用感に優れた歯磨用組成物に関する。

背景技術

[0002] セルロースを配合した歯磨剤としては、研磨剤の代替品として平均粒径0.005~1 mmのセルロースパウダーを含有する歯磨組成物が開示されている(特許文献1)。しかし、このようなセルロースパウダーは歯垢除去能が十分とはいえず、これに代えて平均粒径50~1000 μ mの粒状化セルロースを配合することが提案されている(特許文献2)が、粒状化セルロースであっても着色除去の点で十分でなく、また、製造コストの点から考えると非造粒セルロースとして使用できることが望まれていた。

また、歯磨用組成物は、適当量の泡が持続し長時間ブラッシングし易いものが、洗浄力、使用感の点から望まれている。この泡立ちに関しては、一般に高い起泡性のものが好まれており、従来より様々な界面活性剤についてその起泡性や起泡速度について検討されている。高い起泡性を得るためには、起泡量を多くしたり、保型性の高い泡を長時間維持するなどの工夫がなされている(特許文献3)。しかしながら、セルロースパウダーと歯磨用組成物の泡質及び起泡量の関係については何ら報告されていない。

特許文献1:特開昭55-98111号公報

特許文献2:特開平9-40537号公報

特許文献3:特開平11-209255号公報

発明の開示

[0003] 本発明は、下記成分(A)、(B)及び(C):

- (A)粉末セルロース 0.2~3質量%、
- (B) 界面活性剤、
- (C)研磨剤 10~30質量%

を含有する歯磨用組成物を提供するものである。

また、本発明は、下記成分(A)、(B)及び(D):

- (A)粉末セルロース、
- (B) 界面活性剤、
- (D)30メッシュ篩を通過するが200メッシュ篩は通過しない粒径サイズを有する顆粒を含有する歯磨用組成物を提供するものである。

図面の簡単な説明

[0004] [図1]歯間部の着色汚れ除去効果試験に用いた歯間モデル及び歯間部評価領域を示す概念図である。

[図2]着色除去試験の結果を示すグラフである。

[図3]ブラッシングマシーンの概略図である。

発明の実施の形態

- [0005] 本発明者らは、歯垢及び着色除去効果に優れ、使用感にすぐれた歯磨用組成物得るべく鋭意研究を進めた結果、粉末セルロース、界面活性剤及び研磨剤を使用すると、歯磨の際の歯垢及び着色除去効果に優れ、使用感に優れた歯磨用組成物が得られることを見出した。
- [0006] 本発明の1つの態様である歯磨用組成物は、(A)粉末セルロース、(B)界面活性 剤及び(C)研磨剤を含有する。
- [0007] 本発明の歯磨用組成物に用いる(A)粉末セルロースとしては、パルプ粉末、不溶性粉末セルロース、粉末αーセルロース、パルプ等のセルロース類を化学処理して不溶化したものを粉砕したもの等を1種又は2種以上使用することができる。歯垢及び着色除去効果の点から粉末セルロースの平均重合度は、350以上が好ましく、より好ましくは350~2250程度、更に好ましくは440~2250程度である。また、きめ細かい触感、泡持ち感の点で粉末セルロースは、平均粒径10~300μmの非造粒粉末セルロースであることが好ましく、より好ましくは10~100μmであり、更に好ましくは15~50μmである。
- [0008] 粉末セルロースの歯磨用組成物中の含有量は、組成物全体中に0.2~3質量%が好ましい。歯垢及び着色除去効果、粘り気のある泡を得る点からは0.2質量%以

WO 2005/089703 3 PCT/JP2005/005146

上が好ましく、より好ましくは0.4質量%以上であり、歯磨組成物の使用感の点からは3質量%以下が好ましく、より好ましくは2質量%以下、特に好ましくは1質量%以下である。

- [0009] 本発明の歯磨用組成物を製造する際には、粉末セルロースは、粉体として配合しても、水、低級アルコール、多価アルコール等の液体に分散させた分散液として配合してもよい。低級アルコールとしては、エタノール、イソプロパノール等を例示することができ、多価アルコールとしては、グリセリン、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール等を例示することができる。製造する際には、水、低級アルコール、多価アルコール等の液体に分散させた分散液を用いるのが好ましい。
- [0010] 粉末セルロース自身は、単独では研磨力をほとんど有しないが、少量配合することにより研磨剤の作用を著しく増強する。これは歯ブラシのブリッスルと研磨粒子との間に粉末セルロースが存在することにより、粉末セルロースが研磨粒子と歯面との相互作用(摩擦)に寄与することによるものと考えられる。また、粉末セルロースは緩衝材としても働くと考えられ、歯の象牙質の磨耗が少なく着色を除去するという選択洗浄性を発揮する点で有利と考えられる。特にRDAの低い研磨剤を使用した場合、通常の研磨剤を多量に配合することが必要となるが、粉末セルロースを配合することにより研磨剤量を低減させることが可能となる。
- [0011] 本発明の歯磨用組成物に、アニオン界面活性剤、非イオン界面活性剤又は両性 界面活性剤等の界面活性剤(B)を配合するが、好ましくはアニオン界面活性剤であ る。
- [0012] アニオン界面活性剤は、歯磨用組成物に一般に用いられるアニオン界面活性剤であれば特に制限はなく、例えばアシルグルタミン酸ナトリウム、アシルサルコシンナトリウム等のアシルアミノ酸塩、アルキルリン酸ナトリウム等のアルキルリン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、高級脂肪酸スルホン化モノグリセリド塩、イセチオン酸の脂肪酸エステル塩、Nーメチル長鎖アシルタウリンナトリウム塩、ポリオキシエチレンモノアルキルリン酸塩等が挙げられる。疎水基のアルキル基、アシル基は炭素数6~18、特に10~14のものが好ましく、また、ナトリウム塩が好ましいが、発泡性が良く、また、安価に入手可能な点からアルキル硫酸エステル塩が特に好ましい。アニオン界面活性剤

は、本発明の歯磨用組成物中に0.1~5質量%、特に0.2~2質量%含有するのが 好ましい。

[0013] 非イオン界面活性剤は、歯磨用組成物に一般に用いられる非イオン界面活性剤であれば特に制限はなく、例えば、ポリオキシアルキレン付加系界面活性剤、アミンオキサイド系界面活性剤、モノ又はジエタノールアミド系界面活性剤、ショ糖脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、パリオキシエチレンリルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ひまし油等が挙げられる。この中でもショ糖脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンができる。また、HLB価(Griffin)が16以上、特に18~20である非イオン界面活性剤が好ましい。

「0014」(数1)

HLB価=20(1-S/A)

(S:けん化価、A:使用脂肪酸の酸価)

- [0015] これらの非イオン界面活性剤の脂肪酸部は炭素数6~18が好ましい。その含有量は、歯磨用組成物全体中に0.1~30質量、更に0.2~10質量%、更に1.2~3.0質量%、更に1.3~2.5質量%、特に1.3~2.0質量%が好ましい。また、粘り気のある泡を得るためには、HLB価15以下の非イオン界面活性剤を含有しないのが好ましい。HLB価15以下の非イオン界面活性剤を含有する場合には、アニオン界面活性剤1質量部に対し0.5質量部以下であるのが好ましく、更に0.3質量部以下であるのが好ましい。
- [0016] 両性界面活性剤は、歯磨用組成物に一般に用いられる両性界面活性剤であれば特に制限はなく、例えばアルキルベタイン型、アルキルアミドベタイン型、イミダゾリン型、グリシン型等が挙げられる。その含有量は、歯磨用組成物全体中に0.01~10質量%、更に0.05~5質量%が好ましい。
- [0017] 本発明の歯磨用組成物に用いる(C)研磨剤は、歯磨用組成物に一般的に使用されるものであれば特に制限はないが、沈降性シリカ、シリカゲル、無水ケイ酸、アルミ

ノシリケート、グルコノシリケート等のシリカ系研磨剤、第2リン酸カルシウム・2水和物及び無水和物、ピロリン酸カルシウム、炭酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、酢酸マグネシウム、第3リン酸マグネシウム、ゼオライト、合成樹脂系研磨剤等を用いることが好ましく、これらは1種を単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

[0018] 歯の象牙質の磨耗を防ぐ点からは研磨剤の研磨力、すなわちRDA(Radio—active Dentin abrasion)は20~200が好ましく、更に好ましくは60~150である。また、RDAが60~150である研磨剤にRDAが150を超え200以下の研磨剤を組み合わせて使用することにより前者の研磨剤の配合量を低減させることが可能である。この場合、RDAが60~150である研磨剤とRDAが150を超え200以下の研磨剤の配合比(質量比)は1:1~10:1であることが好ましく、更に好ましくは2:1~8:1である。

ここで、RDAはヘファーレン(Hefferren)らの方法にしたがって10%の研磨剤スラリーについて測定した値を使用する(J. Dent. Res. 55, 1967, pp563)。

- [0019] 研磨剤の含有量は、歯磨用組成物全体に対して10~30質量%であり、好ましくは 12~25質量%、更に好ましくは14~20質量%程度である。
- [0020] 本発明の歯磨用組成物における粉末セルロースに対する研磨剤の配合比は、粉末セルロースの含有量を1質量部としたときに、研磨剤の含有量が10~50質量部であることが好ましく、更に好ましくは25~40質量部である。
- [0021] また、本発明の歯磨用組成物は更に(D)顆粒を含有することが好ましい。本発明に用いる(D)顆粒は、30メッシュ篩(JIS規格)を通過するが、200メッシュ篩(JIS規格)は通過しない粒径サイズ(75~500μm)を有するのが好ましい。このような顆粒としては、特公平06-021053号に記載された水不溶性粉末材料を水不溶性無機結合剤で結着させて得られる顆粒、特許3170250号に記載された炭酸カルシウムの微細粒子のみを凝集させて得られる顆粒、特開平04-243815号に記載された水不溶性粉末材料を水不溶性有機結合剤で結着させて得られる顆粒、特開平09-12436号に記載されたBET法による比表面積が150~450m²/gである湿式法シリカ顆粒等を挙げることができる。好ましくは炭酸カルシウム又は無水ケイ酸を主成分として含

む顆粒であり、使用感の点からは顆粒1個当たり0.1~30gの荷重を加えたときに崩壊する崩壊強度を有するものが好ましい。顆粒の含有量は、歯磨用組成物全体中に0.5~30質量%が好ましく、より好ましくは1~30質量%、更に好ましくは1~25質量%、更に好ましくは2~20質量%程度である。

- [0022] また、本発明の歯磨用組成物は更にポリリン酸塩を配合してもよく、例えば、ピロリン酸ナトリウム、ピロリン酸カリウム、トリポリリン酸ナトリウム、テトラポリリン酸カリウム、メタリン酸ナトリウム等の直鎖状のポリリン酸塩、トリメタリン酸ナトリウム、トリメタリン酸カリウム、テトラメタリン酸ナトリウム、テトラメタリン酸カリウム、ヘキサメタリン酸カリウム、テトラメタリン酸カリウム、ヘキサメタリン酸カリウム、マトラメタリン酸カリウム等の環状のポリリン酸塩が挙げられる。これらポリリン酸塩はその1種を単独で配合してもよく、また2種以上を混合して配合してもよい。これらの中で直鎖状のポリリン酸塩が好ましく、特に重合度2~4のものが好ましい。ポリリン酸塩の含有量は、歯磨用組成物全体の0.05~10質量%が好ましく、更に好ましくは0.1~8質量%、特に好ましくは0.1~5質量%である。
- [0023] また、本発明の歯磨用組成物は更にポリエチレングリコールを配合してもよい。本発明の歯磨用組成物に配合するポリエチレングリコールとしては、平均分子量200~1000が好ましく、その含有量は、組成物全体中に1~10質量%、さらに好ましくは2~8質量%、特に好ましくは3~7質量%である。
- [0024] また、本発明の1つの態様である歯磨用組成物は、(A)粉末セルロース、(B)界面活性剤及び(D)特定粒径の顆粒を含有する。かかる成分を含有することにより、歯垢除去、着色除去に優れ、かつ使用時にきめ細かい触感の泡を生じ、泡持ち感が高い歯磨用組成物の提供が可能となる。なお、本発明の歯磨組成物に含有する(A)、(B)及び(D)成分は先に示したものと同一である。
- [0025] 更に、本発明の歯磨用組成物には、粘結剤を配合するのが好ましい。粘結剤として、例えば、アルギン酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、カラギーナン、キサンタンガム、ポリアクリル酸ナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキプロピルセルロース、ペクチン、トラガントガム、アラビアガム、グアーガム、カラヤガム、ローカストビーンガム、ジェランガム、タマリンドガム、サイリウムシードガム、ポリビニルア

ルコール、コンドロイチン硫酸ナトリウム、メトキシエチレン無水マレイン酸共重合体からなる群から選ばれる1種又は2種以上を配合することが好ましい。粘結剤としては、特にアルギン酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロース、カラギーナン、キサンタンガム等が好ましい。粘結剤の含有量は、歯磨用組成物全体に対して、通常0.1~3質量%程度がこのましく、より好ましくは0.2~2質量%、更に好ましくは0.2~1.5、特に好ましくは0.5~1.5質量%程度である。

- [0026] 本発明の歯磨用組成物には、前記成分の他、適宜配合する任意の成分としては、 例えば発泡助剤、湿潤剤、甘味剤、pH調整剤、香料、保存料、酵素、殺菌剤、薬効 成分、顔料、色素等が挙げられる。
- [0027] 湿潤剤としては、プロピレングリコール、グリセリン、ソルビトール、キシリトール、マルチット、ラクチット、トレハロース等が好適に用いられる。湿潤剤を含有する場合は、歯磨用組成物全体の1~10質量%が好ましく、更に好ましくは2~8質量%、特に好ましくは3~7質量%である。
- [0028] 甘味剤としては、サッカリンナトリウム、アスパルテーム、ソーマチン、アセスルファムカリウム、ステビオサイド、ステビアエキス、パラメトキシシンナミックアルデヒド、ネオへスペリジルジヒドロカルコン、ペリラルチン等が挙げられる。
- [0029] pH調整剤としては、例えば、リン酸及びその塩(リン酸ナトリウム、リン酸水素ナトリウム等)、クエン酸及びその塩(クエン酸ナトリウム等)、リンゴ酸及びその塩、グルコン酸及びその塩、マレイン酸及びその塩、アスパラギン酸及びその塩、コハク酸及びその塩、ガルクロン酸及びその塩、フマル酸及びその塩、グルタミン酸及びその塩、アジピン酸及びその塩、塩酸、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、ケイ酸ナトリウム等を例示することができる。pH調整剤の含有量は、所望のpHとなる限り特に制限されないが、組成物全体に対して、通常0.01~5質量%程度、好ましくは0.1~3質量%程度である。本発明の歯磨用組成物のpHは、本発明の効果が奏される限り特に制限されないが、通常4~10程度である。
- [0030] 香料としては、1-メントール、カルボン、アネトール、オイゲノール、リモネン、ペパー ミント油、スペアミント油、オシメン、n-アミルアルコール、シトロネロール、α-テルピ ネオール、サリチル酸メチル、メチルアセテート、シトロネオールアセテート、シネオー

ル、リナロール、エチルリナロール、ワニリン、チモール、レモン油、オレンジ油、セージ油、ローズマリー油、桂皮油、ピメント油、シソ油、丁子油、ユーカリ油等が挙げられる。

- [0031] また、その他の各種薬効有効成分としては、正リン酸のカリウム塩、ナトリウム塩等の水溶性リン酸化合物、アラントインクロルヒドロキシアルミニウム、ヒノキチオール、塩化リゾチーム、グリチルリチン酸及びその塩類、塩化ナトリウム、トラネキサム酸、イプシロンアミノカプロン酸、酢酸dlートコフェロール、アズレン、グリチルレチン酸、銅クロロフィリンナトリウム、グルコン酸銅等の銅化合物、乳酸アルミニウム、塩化ストロンチウム、硝酸カリウム、ベルベリン、ヒドロキサム酸及びその誘導体、トリポリリン酸ナトリウム、ゼオライト、デキストラナーゼ、ムタナーゼ、アミラーゼ、メトキシエチレン一無水マレイン酸共重合体、ポリビニルピロリドン、エピジヒドロコレステリン、ジヒドロコレステロール、クエン酸亜鉛、トウキ、オウバク、チョウジ、ローズマリー、オウゴン、ベニバナ等の抽出物、αービサボロール、クロルヘキシジン塩類、トリクロサン、塩化セチルピリジニウム、塩化ベンゼトニウム、トリクロロカルバニリド等が挙げられる。
- [0032] 水の含有量は、剤形等に応じて適宜設定することができるが、歯磨用組成物全体に対して、通常0~60質量%程度、好ましくは10~50質量%程度である。 実施例
- [0033] 以下、実施例及び比較例を挙げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。また、特に断らない限り「%」は「質量%」を示す。
- [0034] 実施例1~5及び比較例1~2

表1に記載の処方で練歯磨を調製した。

得られた歯磨剤組成物を用いて、歯間部の着色汚れ除去効果を試験した。すなわち、図1に示すように、R4の曲面同士を向き合わせたアルミブロックによる歯間部モデルを作成し、この歯間部モデルの表面に着色モデルとしてビデオテープ磁性層を取り付けた。作成した歯間部モデルに対して、図2に示すブラッシングマシーンを用いて実施例1~5の歯磨剤及び比較例1、2の歯磨剤の各々による刷掃を行った。刷掃条件は、荷重300g、速度120r/min、振幅30mm、刷掃回数120回として、

ハブラシ(花王製品:チェックスタンダード)を使用し評価した。 $2\pi R4 \times 45mm$ の領域を歯間部の評価領域とし、刷掃後にビデオテープ磁性層を展開して、デジタルカメラで撮影すると共に画像解析した。画像解析によって、評価領域において磁性層が剥がれて白くなった部分の面積 (mm^2) を計算して、歯間部における着色汚れ除去率を評価した。評価結果を表1に示す。評価結果は、比較例1による歯間部の着色除去効果を基準(100%)とし、これに対する除去率の相対値で示した。

「0035] 「表1]

| (質量%) | | 実 | 施 | 例 | | 比喇 | 交例 |
|----------------------|--------|--------|-------|--------|--------|--------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 1 | 2 |
| 研磨性シリカ*1 | 20.00 | 20. 00 | 20.00 | 20. 00 | 19.00 | 20.00 | 20.00 |
| 粉末セルロース (平均粒径20 μ m) | 0. 50 | | | | 2.00 | | |
| 粉末セルロース (平均粒径30 μm) | | 0. 50 | | | | | |
| 粉末セルロース(平均粒径40μm) | | | 0.50 | | | | |
| 粉末セルロース(平均粒径50 µ m) | | | | 0. 50 | | | |
| 結晶セルロース(平均粒径10μm以下) | | | | | | | 0. 50 |
| ポリエチレングリコール (PEG600) | 5. 00 | 5. 00 | 5. 00 | 5. 00 | 5. 00 | 5. 00 | 5. 00 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 1. 50 | 1. 50 | 1. 50 | 1. 50 | 1. 50 | 1. 50 | 1. 50 |
| 増粘性シリカ | 3. 00 | 3. 00 | 3. 00 | 3. 00 | 3. 00 | 3. 00 | 3. 00 |
| キサンタンガム | 0.50 | 0. 50 | 0.50 | 0. 50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 |
| カラギーナン | 0. 50 | 0.50 | 0.50 | 0. 50 | 0.50 | 0. 50 | 0. 50 |
| 濃グリセリン | 20. 00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20. 00 | 20.00 | 20.00 |
| ソルビトール | 30.00 | 30.00 | 30.00 | 30.00 | 30.00 | 30. 00 | 30.00 |
| サッカリンナトリウム | 0. 15 | 0. 15 | 0. 15 | 0. 15 | 0. 15 | 0. 15 | 0. 15 |
| フッ化ナトリウム | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 |
| DLーリンゴ酸 | 2. 00 | 2. 00 | 2. 00 | 2. 00 | 2. 00 | 2. 00 | 2. 00 |
| 水酸化カリウム液(48質量%) | 2. 50 | 2. 50 | 2. 50 | 2. 50 | 2. 50 | 2. 50 | 2. 50 |
| 水酸化ナトリウム液(48質量%) | 0. 50 | 0. 50 | 0.50 | 0. 50 | 0. 50 | 0.50 | 0.50 |
| 酸化チタン | 0. 30 | 0. 30 | 0.30 | 0. 30 | 0. 30 | 0. 30 | 0.30 |
| 香料 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 |
| 精製水 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 |
| | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 歯間部着色除去効果(%) | 130 | 128 | 131 | 135 | 129 | 100 | 113 |

*1:RDA値(110~150)

[0036] 表1から明らかなように、粉末セルロースを配合した実施例1~5は粉末セルロースを含まない比較例1と比べ優れた歯間部の着色除去効果を示した。これに対し結晶セルロースを含む比較例2は歯間部の着色除去効果は上がったものの粉末セルロースほど優れた効果は確認されなかった。

[0037] 実施例6〜11及び比較例3 表2に記載の処方で歯磨用組成物を調製した。

[0038] [表2]

| (質量%) | 実 施 例 | | | | 比較例 | | |
|------------------------------|--------|--------|--------|-------|--------|--------|---|
| | 6 | 7 | 8 | 9 | 1 0 | 1 1 | 3 |
| 水酸化アルミニウム | | 20. 00 | | | | | |
| アルミナ | | 5. 00 | | | | | |
| リン酸水素カルシム2水和物 | | | | 30.00 | | 20.00 | |
| 無水リン酸水素カルシウム | | | | | | 10.00 | |
| 研磨性シリカ(RDA値150~200) | | | | | 3. 00 | | |
| 研磨性シリカ (RDA値110~150) | 16. 00 | | | | 13. 00 | | 3. 00 |
| 研磨性シリカ (RDA値20~110) | | | 25. 00 | | | | |
| 粉末セルロース (平均粒径20μm) | 0. 50 | 0.50 | 0. 50 | | 0.30 | | |
| 粉末セルロース(平均粒径50 μm) | | | | 0. 20 | | 1.00 | |
| 粉末セルロース | | | | | | | 20. 0 |
| ポリエチレングリコール (PEG600) | 5. 00 | | 5. 00 | | | | 5. 00 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 1. 50 | 1. 50 | | 1. 60 | 1. 00 | 1. 60 | 1. 50 |
| N-ラウロイル-L-グルタミン酸ナトリウム | | | | | | 0. 30 | |
| モノステアリン酸POE (20) ソルビタン | | | 0. 30 | | | | |
| POE(60)硬化ヒマシ油 | | | | | | 1. 00 | |
| グリセリン脂肪酸エステル | | | 1. 50 | | | | *************************************** |
| 増粘性シリカ | 4. 00 | 4.00 | 4. 00 | 1. 00 | 5. 00 | | |
| ポリアクリル酸ナトリウム | | | | | | 0.50 | |
| キサンタンガム | 0. 20 | 0.30 | 0. 30 | | 0. 30 | | 0. 50 |
| カルボキシメチルセルロースナトリウム | | 0.50 | | 0. 30 | | 0.30 | |
| カラギーナン | 0. 60 | | | 0. 20 | 0. 30 | | 0. 50 |
| アルギン酸ナトリウム | | | 0.50 | | | | |
| プロピレングリコール | | | | | 4.00 | | , |
| 濃グリセリン | 15. 00 | 30. 00 | 15. 00 | 15.00 | 20.00 | 25. 00 | 25. 00 |
| ソルビトール | 30. 00 | 15. 00 | 20.00 | 30.00 | 30. 00 | 25. 00 | 23. 00 |
| サッカリンナトリウム | 0. 15 | 1. 30 | 0. 15 | 0. 12 | 0. 15 | 0. 12 | 0. 12 |
| フッ化ナトリウム | 0. 20 | | 0. 20 | | 0. 20 | | 0. 20 |
| モノフルオロリン酸ナトリウム | | 0.70 | | 0. 70 | | 0. 70 | |
| 酢酸 $d l - \alpha - $ トコフェロール | | | | | 0. 30 | | |
| DL-リンゴ酸 | 2. 00 | 2. 00 | 2. 20 | | | | 2. 00 |
| 水酸化カリウム液(48質量%) | | | 2. 50 | | | | |
| 水酸化ナトリウム液(48質量%) | 2. 50 | 2. 50 | | | | | 2. 50 |
| L-アルギニン | | | 1. 20 | | | | |
| トルクロサン | | 0. 10 | | | | 0. 10 | |
| 塩化ベンゼトニウム | | | | 0.01 | | | |
| 酸化チタン | 0. 30 | | 0. 30 | 0. 30 | 0. 30 | | 0. 30 |
| 塩化亜鉛 | | | | 0. 50 | | | |
| 香料 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 |
| 精製水 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 |
| | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

[0039] 実施例6~11の本発明の歯磨用組成物の歯間部着色汚れ除去効果は、実施例1~5と同様に優れていたが、比較例3は0.3%と極めて劣っていた。

[0040] 実施例12〜14及び比較例3〜5表3に記載の処方で練歯磨を調製した。

[0041] [表3]

(質量%)

| | 実施例12 | 比較例4 | 実施例13 | 比較例5 | 実施例14 | 比較例6 |
|----------------------|--------|--------|--------------|--------|-------|-------|
| 研磨性シリカ (RDA値110~150) | 16.00 | 16. 00 | 16. 00 | 16.00 | 16.00 | 16.00 |
| 粉末セルロース (平均粒径50μm) | 0. 50 | | 0. 50 | | 0. 50 | |
| シリカ顆粒 (平均粒径200μm) | 3. 00 | 3. 00 | | | | |
| トリポリリンサンナトリウム(STPP) | | | 0. 10 | 0. 10 | | |
| ポリエチレングリコール (PEG600) | | | | | 5. 00 | 5. 00 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 1. 50 | 1. 50 | 1. 50 | 1. 50 | 1. 50 | 1. 50 |
| 増粘性シリカ | 4. 00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4. 00 |
| キサンタンガム | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 |
| カラギーナン | 0.60 | 0. 60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0. 60 |
| プロピレングリコール | 5. 00 | 5. 00 | 5. 00 | 5. 00 | | |
| 濃グリセリン | 20. 00 | 20.00 | 20. 00 | 20. 00 | 20.00 | 20.00 |
| ソルビトール | 30. 00 | 30.00 | 30.00 | 30.00 | 30.00 | 30.00 |
| サッカリンナトリウム | 0. 15 | 0. 15 | 0. 15 | 0. 15 | 0. 15 | 0. 15 |
| フッ化ナトリウム | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 20 |
| DL-リンゴ酸 | 2. 00 | 2. 00 | 2. 00 | 2. 00 | 2. 00 | 2. 00 |
| 水酸化ナトリウム液(48質量%) | 2. 50 | 2. 50 | 2. 50 | 2. 50 | 2. 50 | 2. 50 |
| 酸化チタン | 0.30 | 0. 30 | 0. 30 | 0. 30 | 0.30 | 0. 30 |
| 香料 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 | 1. 00 |
| 精製水 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 | 残部 |
| | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

- [0042] 得られた歯磨剤を用いて、実施例1と同様にして、歯間部の着色汚れ除去効果を 試験した。評価結果を図2に示す。評価結果は、それぞれの実施例に対応する比較 例3~5による歯間部の着色除去効果を基準(100%)とし、これに対する除去率の 相対値で示した。
- [0043] 図2から明らかなように、粉末セルロースを配合した実施例12~14は粉末セルロースを含まない比較例3~5と比べ優れた歯間部の着色除去効果を示した。
- [0044] 実施例15表4記載の処方で練歯磨きを調製した。
- 「0045] 「表4]

(質量%)

| | 実施例15 | 比較例7 | 比較例8 |
|----------------------|--------|--------|--------|
| 炭酸カルシウム | | 50.00 | 5. 00 |
| 無水ケイ酸 | 18. 50 | | 7. 00 |
| 粉末セルロース(平均粒径約50 μm) | 0. 50 | | |
| ポリエチレングリコール (PEG600) | 5. 00 | | 5. 00 |
| 無水ケイ酸顆粒 (平均粒径200 μm) | 2. 50 | | 14. 00 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 1. 50 | 1. 50 | 1. 50 |
| キサンタンガム | 0. 40 | | 0. 20 |
| カラギーナン | 0. 60 | 0. 50 | |
| カルビキシルメチルセルロースナトリウム | | 1. 00 | 1. 50 |
| 濃グリセリン | 20. 00 | 4. 00 | |
| ソルビトール(ソルビット液) | 30. 00 | 15. 00 | 36. 00 |
| サッカリンナトリウム | 0. 15 | 0. 15 | 0. 15 |
| フッ化ナトリウム | 0. 20 | | |
| モノフルオロリン酸ナトリウム | | 0. 70 | 0. 70 |
| DL-リンゴ酸 | 2. 00 | | |
| pH調整剤 | PH6調整量 | | |
| 香料 | 1. 40 | 0. 85 | 1. 00 |
| 精製水 | 残部 | 残部 | 残部 |
| 合計 | 100 | 100 | 100 |

[0046] 得られた歯磨用組成物を用いて、泡立ち性試験をした。アクリル板(30×80×3mm)に φ3の円柱のアクリル棒を台座運動方向と垂直に並べブラッシング面を作成し、それを固定するためのアクリル容器(80×175×35mm)に取り付けた。作成したブラッシング面に対して、ブラッシングマシーン(図3:台座が前後に動く)を用いて実施例15歯磨剤及び比較例6、7の歯磨剤を5倍希釈し発泡試験を行った。

刷掃条件は、荷重500g、速度120r/min、振幅50mm、刷掃回数500回として、ハブラシ(花王製品:毛先が球)を使用し評価した。測定は刷掃後の液をメスシリンダに移し泡量を評価した。発泡性の評価結果はメスシリンダの泡上部の量(mL)として、表5に示す。

[0047] [表5]

| 泡量(mL) | 刷掃後の時間(分) | | |
|--------|-----------|------|--|
| | 1 | 1 5 | |
| 実施例15 | 6 1 | 6 0 | |
| 比較例7 | 5 6 | 52.5 | |
| 比較例8 | 5 4 | 5 2 | |

[0048] また、5名のパネラーに各歯磨剤を使用させ、使用時の泡質を、泡のきめの細かさ、泡の水っぽさ、泡の粘り気及び泡立ち性の観点から官能評価を行った。評価は、以下の基準に従って行った。

(1)泡のきめ細かさ

きめ細かい:2

ややきめ細かい:1

どちらともいえない:0

やや粗い:-1

粗い:-2

(2)泡の弾力性

弾力性がある:2

やや弾力性がある:1

どちらともいえない:0

やや水っぽい:-1

水っぽい:-2

(3) 泡の粘り気

粘り気がある:2

やや粘り気がある:1

どちらともいえない:0

あまり粘り気がない:-1

粘り気がない:-2

(4)使用時の泡立ち性

早い:2

やや早い:1

どちらともいえない:0

やや遅い:-1

遅い:-2

[0049] 5名のパネラーによる評価の合計を表6に示す。

WO 2005/089703 14 PCT/JP2005/005146

[0050] [表6]

| | 泡のきめの細かさ | 泡の水っぽさ | 泡の粘り気 | 泡立ち性 |
|-------|----------|--------|-------|------|
| 実施例15 | 5 | 6 | 3 | 3 |
| 比較例7 | -1 | 4 | 1 | 2 |
| 比較例8 | 0 | - 2 | - 2 | 1 |

[0051] 本発明の歯磨剤(実施例15)は泡立ちが良好でかつ泡質がきめ細かく良好であった。一方、粉末セルロース及び顆粒を含まない歯磨剤(比較例7)及び粉末セルロースを含まない歯磨剤(比較例8)は、いずれも泡立ちが十分でなく、泡質も悪いのであった。

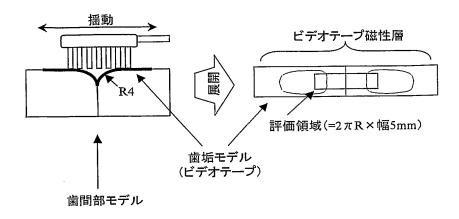
請求の範囲

- [1] 下記成分(A)、(B)及び(C):
 - (A)粉末セルロース 0.2~3質量%、
 - (B) 界面活性剤、
 - (C)研磨剤 10~30質量%

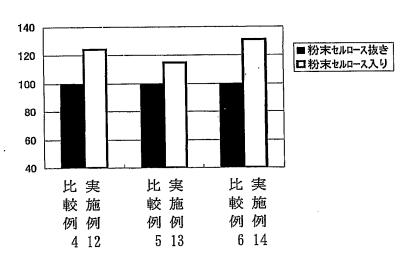
を含有する歯磨用組成物。

- [2] 下記成分(A)、(B)及び(D):
 - (A)粉末セルロース、
 - (B)界面活性剤、
 - (D)30メッシュ篩を通過するが200メッシュ篩は通過しない粒径サイズを有する顆粒を含有する歯磨用組成物。
- [3] 粉末セルロースの含有量が0.4~2質量%である請求項1又は2記載の歯磨用組成物。
- [4] 粉末セルロースの平均重合度が350~2250である請求項1~3のいずれか1項記載の歯磨用組成物。
- [5] 粉末セルロースが、平均粒径 $10-300 \mu$ mの非造粒粉末セルロースである請求項 1-4のいずれか1項記載の歯磨用組成物。
- [6] 研磨剤のRDAが20~200である請求項1記載の歯磨用組成物。
- [7] 更に、粘結剤を含有する請求項1~6のいずれか1項記載の歯磨用組成物。
- [8] 粘結剤がアルギン酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、カラギーナン、キサンタンガム、ポリアクリル酸ナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ペクチン、トラガントガム、アラビアガム、グアーガム、カラヤガム、ローカストビーンガム、ジェランガム、タマリンドガム、サイリウムシードガム、ポリビニルアルコール、コンドロイチン硫酸ナトリウム及びメトキシエチレン無水マレイン酸共重合体からなる群より選ばれる2種以上である請求項7記載の歯磨用組成物。

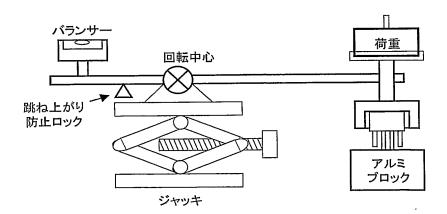
[図1]



[図2]



[図3]



差替之用紙(規則26)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

| | | PCT/JP | 2005/005146 | | | | |
|--|---|---|---|--|--|--|--|
| | CATION OF SUBJECT MATTER A61K7/16 | · | | | | | |
| According to Inte | ernational Patent Classification (IPC) or to both national | l classification and IPC | | | | | |
| | B. FIELDS SEARCHED | | | | | | |
| Minimum docum Int . Cl ⁷ | nentation searched (classification system followed by cla A61K7/00-7/50 | ssification symbols) | | | | | |
| Jitsuyo Kokai Ji | itsuyo Shinan Koho 1971-2005 To | tsuyo Shinan Toroku Koho roku Jitsuyo Shinan Koho | 1996-2005 1994-2005 | | | | |
| Electronic data b | ase consulted during the international search (name of d | lata base and, where practicable, search | terms used) | | | | |
| C. DOCUMEN | ITS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | | | | | |
| Category* | Citation of document, with indication, where app | propriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. | | | | |
| X Y | JP 11-199456 A (Lion Corp.), 27 July, 1999 (27.07.99), Claims; Par. Nos. [0005], [00 No.7, No.10; Par. No. [0025], (Family: none) | | 1,3-8 | | | | |
| X Y | JP 11-171750 A (Lion Corp.), 29 June, 1999 (29.06.99), Claims; Par. No. [0008], tabl No.2; examples 7 to 9 (Family: none) | e 1, No.1 to | 1,3-8 | | | | |
| X Y | JP 11-171751 A (Lion Corp.), 29 June, 1999 (29.06.99), Claims; Par. Nos. [0007], [00 No.1, No.2; examples 7 to 9 (Family: none) | 10]; table 1, | 1,3-8 | | | | |
| × Further do | ocuments are listed in the continuation of Box C. | See patent family annex. | • | | | | |
| "A" document d to be of part "E" earlier applie filing date "L" document w cited to esta special reaso "O" document re "P" document pt the priority of | | "T" later document published after the in date and not in conflict with the appl the principle or theory underlying the "X" document of particular relevance; the considered novel or cannot be con step when the document is taken alor "Y" document of particular relevance; the considered to involve an inventive combined with one or more other sue being obvious to a person skilled in the "&" document member of the same patern." | ication but cited to understand invention e claimed invention cannot be sidered to involve an inventive ne e claimed invention cannot be e claimed invention cannot be te step when the document is ch documents, such combination he art | | | | |
| 23 June | ll completion of the international search ∋, 2005 (23.06.05) | Date of mailing of the international se 12 July, 2005 (12. | | | | | |
| | ng address of the ISA/ Se Patent Office | Authorized officer | | | | | |
| Facsimile No. | | Telephone No. | | | | | |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/005146

| C (Continuation | a). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | |
|-----------------|---|-----------------------|
| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| X Y | JP 2001-172145 A (Lion Corp.), 26 June, 2001 (26.06.01), Claims; Par. No. [0007]; comparative example 4; Par. No. [0024] (Family: none) | 1,3-8 |
| X Y | JP 2004-10576 A (Sunstar Inc.), 15 January, 2004 (15.01.04), Claims; Par. No. [0052]; table A; examples 4, 6 (Family: none) | 1,3-8 |
| Y | JP 1-299211 A (Kao Corp.), 04 December, 1989 (04.12.89), Claims (Family: none) | 2-8 |
| Y | JP 9-12436 A (Kao Corp.), 14 January, 1997 (14.01.97), Claims (Family: none) | 2-8 |
| Y | JP 55-98111 A (Sansuta Hamigaki Kabushiki Kaisha), 25 July, 1980 (25.07.80), Claims (Family: none) | 1-8 |

発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Int,Cl.⁷ A61K7/16

調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int.Cl.⁷ A61K7/00-7/50

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922-1996年

日本国公開実用新案公報

1971-2005年

日本国実用新案登録公報

1996-2005年

日本国登録実用新案公報

1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

| C. 関連する | と認められる文献 | |
|-----------------|---|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
| X Y | JP 11-199456 A (ライオン株式会社) 1999.07.27, 特許請求の範囲、[0005]、[0007]、表 1 No. 7、No. 10、[0025]、表 2 (ファミリーなし) | 1, 3–8 2 |
| X Y | JP 11-171750 A (ライオン株式会社) 1999.06.29, 特許請求の範囲、[0008]、表 1 No.1~No.2、実施例 7~9 (ファミリーなし) | 1, 3-8 2 |

▼ C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

- * 引用文献のカテゴリー
- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって もの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用す る文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
- 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 国際調査報告の発送日 12. 7. 2005 23.06.2005 9166 国際調査機関の名称及びあて先 特許庁審査官(権限のある職員) 日本国特許庁(ISA/JP) 福井 美穂 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号 電話番号 03-3581-1101 内線 3 4 5 2

| C (続き) . | 関連すると認められる文献 | |
|-------------------------|---|------------------|
| 引用文献の カテゴリー * | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
| X Y | JP 11-171751 A (ライオン株式会社) 1999.06.29, 特許請求の範囲、[0007]、[0010]、表 1 No.1、No.2、実施例 7 ~ 9 (ファミリーなし) | 1, 3–8 2 |
| X Y | JP 2001-172145 A (ライオン株式会社) 2001.06.26, 特許請求の範囲、[0007]、比較例4、[0024] (ファミリーなし) | 1, 3–8 2 |
| X Y | JP 2004-10576 A (サンスター株式会社) 2004.01.15, 特許請求の範囲、[0052]、表A、実施例4,6 (ファミリーなし) | 1, 3-8 2 |
| Y | JP 1-299211 A (花王株式会社) 1989.12.04, 特許請求の範囲 (ファミリーなし) | 2-8 |
| Y | JP 9-12436 A (花王株式会社) 1997.01.14, 特許請求の範囲 (ファミリーなし) | 2-8 |
| Y | JP 55-98111 A (ライオン歯磨株式会社) 1980.07.25, 特許請求の範囲 (ファミリーなし) | 1–8 |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | - | |
| | | |